УДК 546.621:541.135.7

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ОСАЖДЕНИЯ НА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ГЕЛЯ ГИДРОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Е.В. Степанова, Д.Е. Шарыгин, Ю.Б. Швалёв

Томский политехнический университет
E-mail: yb@list.ru

Исследовалось влияние pH осаждения и концентраций исходных реагентов на количественное содержание катиона Al^{3+} и сорбционную активность геля гидроксида алюминия. Установлено, что максимальной сорбционной активностью 1,76 мг/мг конго-красного обладает образец, полученный при pH = 6,0, t = 20 °С при концентрации исходных веществ 100 г/л сернокислого алюминия и 200 г/л карбоната натрия.

В Российской Федерации и странах ближнего зарубежья при изготовлении сорбированных вакцин и анатоксинов широко используется гель гидроксида алюминия различной степени дисперсности [1]. Известно несколько способов его получения, достоинства и недостатки этих способов достаточно полно изложены в литературе [2, 3].

Нами разработан способ получения геля гидроксида алюминия [4], включающий все достоинства непрерывной технологии [5, 6]. Промышленная реализация способа в условиях УФГП НПО "Вирион" (г. Томск) потребовала изучения влияния условий стадии осаждения геля гидроксида алюминия на его физико-химические свойства.

Одним из основных показателей геля гидроксида алюминия, применяемого в качестве депонирующего вещества, является содержание катиона Al^{3+}, которое не должно превышать предела, установленного нормативными актами [7]. В связи с этим нами были проведены исследования влияния концентраций исходных реагентов на содержание Al^{3+}.

Материалом для исследования служили образцы геля гидроксида алюминия, изготовленные на экспериментальной установке, схема которой была ранее приведена в [6]. Исходными реагентами служили растворы $Al_2(SO_4)_3$ и Na_2CO_3 различной концентрации. Осаждение проводили при pH = 7,0 и температуре 20 °С, поскольку образцы, полученные при таких условиях, менее подвержены процессу старения [8]. Кроме того, известно [7], что температура 20 °С является оптимальной для процесса осаждения геля гидроксида алюминия, используемого в качестве сорбента иммунобиологических препаратов, а повышение температуры в момент образования осадков до 50 °С приводит к снижению
удельной поверхности сорбента, во
шается и его сорбционная активн
гель гидроксида алюминия отмы
ления избыточного содержания
многократных декантаций надо
от сформировавшегося осадка ге
вающего раствора использовали
воду с pH=5,0…6,0. После отмыв
исследования физико-химическ
соответствии с [7].

Условия проведения экспери
анализов приведены в табл. 1.
сравнение расчетных (стехиомет
лей количественного содержани

на практике.

При увеличении концентраций исходного раствора $Al_2(SO_4)_3$ наблюдалось увеличение содержания Al^{3+} (табл. 1). При варьировании концентрации исходного раствора Na_2CO_3 явной закономерности не наблюдалось, несмотря на то, что осаждение проводилось при одинаковых условиях: объёмный расход исходного раствора $Al_2(SO_4)_3$ не менялся, показатель pH в течение всех экспериментов являлся постоянной величиной. Данный вопрос является предметом дальнейших исследований.

По данным [9], структура и физические свойства геля в значительной степени зависят от величины pH в момент образования твёрдой фазы. С целью изучения влияния pH осаждения на содержание катиона Al^{3+} в геле при постоянных концентрациях исходных реагентов проведены исследования (табл. 2). Концентрации исходных реагентов составили 100 г/л для $Al_2(SO_4)_3$ и 200 г/л для Na_2CO_3.

Как видно из табл. 2, содержание Al^{3+} находится в прямой зависимости от pH осаждения, причём с повышением pH наблюдается снижение содержания катиона Al^{3+}.

Согласно [8], содержание анионов или катионов в гидроксидах определяется кислотно-основными свойствами системы гидроксид-среда, формирующимися на стадии осаждения: при увеличении кислотных свойств гидроксида возрастает связывание катионов, а связывание анионов снижается, что согласуется с полученными нами результатами, приведенными в табл. 2.

Таблица 1. Влияние концентрации исходных реагентов $Al_2(SO_4)_3$ и Na_2CO_3 на содержание катиона Al^{3+}

Концентрация, г/л		Содержание Al^{3+}, мг/мл
$Al_2(SO_4)_3$	Na_2CO_3	
25	200	1,38
50		2,49
75		4,16
100		5,84
125		9,98
150		10,46
100	50	5,30
	100	7,20
	150	8,32
	200	6,00
	250	8,60

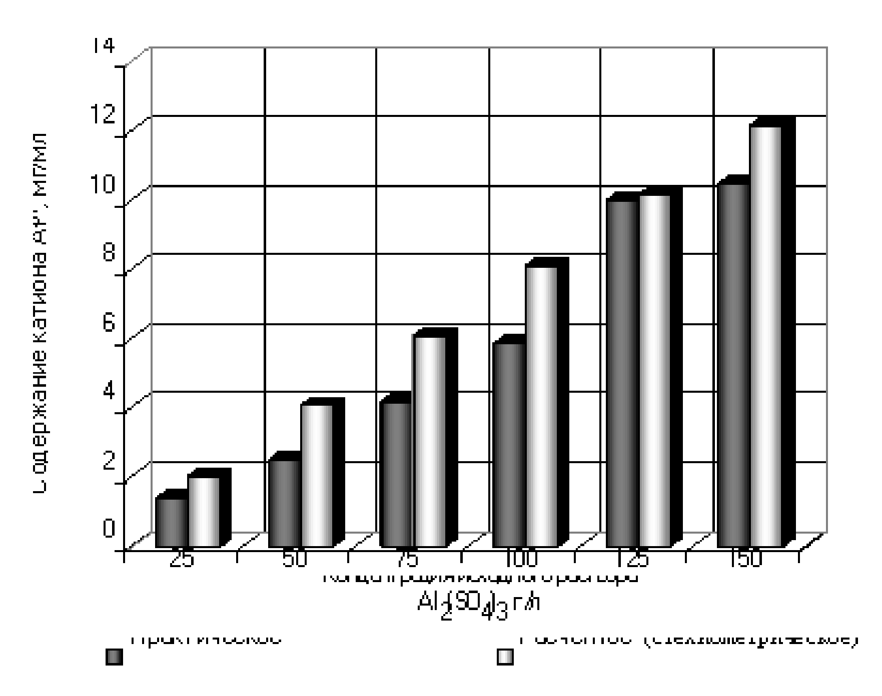


Рис. 1. Зависимость количественного содержания катиона Al^{3+} от концентрации исходного раствора сернокислого алюминия

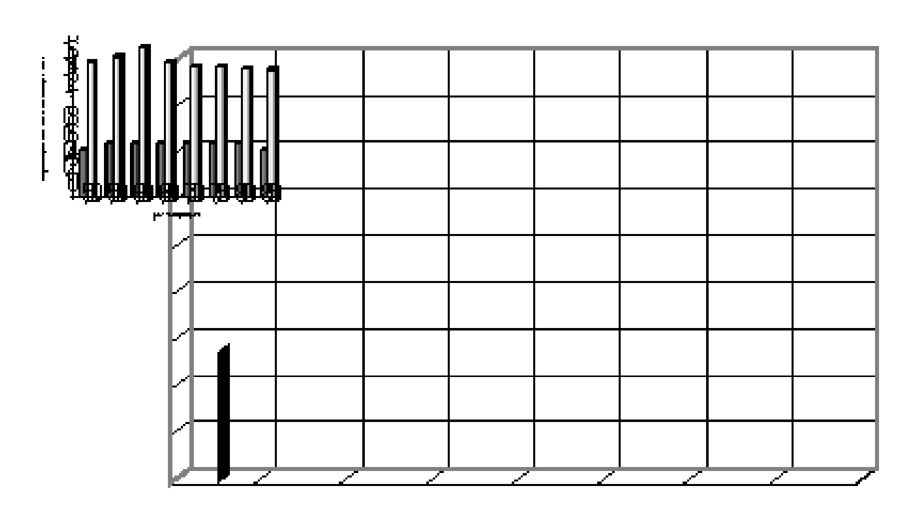


Рис. 2. Влияние pH осаждения на сорбционную активность геля гидроксида алюминия: ■ – до и ■ – после гидротермальной обработки

Основной показатель качества геля гидроксида алюминия, используемого в качестве депонирующего вещества, – сорбционная активность – определялась до гидротермальной обработки (стерилизация), и сразу же после гидротермальной обработки, которая заключалась в прогреве сорбента при 110 °С в течении 30 мин. Известно [10], что в начальной стадии образования частицы гелей являются аморфными, рыхлыми и при адсорбции веществ из раствора хорошо доступны не только их внешняя, но и внутренняя поверхность. С течением времени аморфные гидроксиды претерпевают структурные изменения, связанные, по-видимому, с уплотнением геля во время старения. Уплотнение геля в процессе старения особенно заметно при адсорбции красителей, имеющих обычно большой молекулярный вес, что снижает проницаемость их во внутренние поры адсорбентов. При гидротермальной обработке в аморфном гидроксиде проходят глубокие изменения, сопровождающиеся кристаллизацией гидроксида, при этом мелкие поры исчезают, и преобладающий

Таблица 2. Влияние pH осаждения на содержание катиона Al^{3+} при 20 °С

pH	5,0	5,5	6,0	6,5	7,0	7,5	8,0	8,5
Содержание Al^{3+}, мг/мл	6,94	6,52	6,25	6,15	5,83	5,79	5,55	5,45

радиус мезапор возрастает, и внутренняя поверхность геля становится доступной для молекул адсорбата. В результате проведенных экспериментов установлено, что до стерилизации геля гидроксида алюминия величина сорбционной активности для всех исследованных образцов находилась на одном уровне. После стерилизации сорбционная активность значительно повысилась (рис. 2). Максимальная сорбционная активность составила 1,76 мг/мг конго-красного при pH = 6,0 и t = 20 °С. Согласно [10], под действием гидротермальной обработки (стерилизация) происходит ускоренное созревание геля гидроксида алюминия, повышается удельная поверхность, что находит своё выражение в увеличении показателя сорбционной активности геля.

Таким образом, на основании исследований влияния pH осаждения и концентраций исходных реагентов на содержание катиона Al^{3+} и сорбционную активность геля гидроксида алюминия, определено, что максимальной сорбционной активностью 1,76 мг/мг конго-красного обладает образец, полученный при pH = 6,0, t = 20 °С при концентрации исходных веществ 100 г/л сернокислого алюминия и 200 г/л карбоната натрия. При этом содержание катиона Al^{3+} составляет 6,25 мг/мл, что соответствует требованиям [7].

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Васильев Н.Н., Воробьёв А.А. Физико-химическая и электронно-микроскопическая характеристика гидрата окиси алюминия как депонирующего вещества, изготовленного различными методами // Журнал микробиологии, эпидемиологии и иммунологии. – 1962. – № 2. – С. 73–78.
2. Шапиро Н.И., Сафонова Л.С., Дудкина М.И., Мачульская К.В. Сравнительное изучение препаратов геля гидроксида алюминия. // Журнал микробиологии, эпидемиологии и иммунобиологии. – 1970. – № 9. – С. 26–31.
3. Ишкельдин И.Б., Вильданова К.Т. Влияние некоторых физических воздействий на структуру и свойства гидроокиси алюминия // Адъюванты в вакцинно-сывороточном деле: Сб. 2–4. – М.: Медицина, 1975. – С. 30–33.
4. Пат. 2171678 С1 Россия. МКИ^7 А61К 33/08. Способ получения геля гидроксида алюминия для производства иммунобиологических препаратов / Л.Д. Быстрицкий, Н.Н. Долженко, Н.Х. Ставицкая, Е.В. Степанова, Д.Е. Шарыгин, Ю.Б. Швалёв. Опубл. 13.06.2000, Бюл. № 22.
5. Коробочкин В.В., Швалёв Ю.Б., Косинцев В.И., Быстрицкий Л.Д. Исследование непрерывной технологии геля гидроксида алюминия // Известия вузов. Химия и химическая технология. – 2000. – Т. 43, вып. 3. – С. 82–86.
6. Швалёв Ю.Б., Быстрицкий Л.Д., Косинцев В.И., Медведев М.Д., Коробочкин В.В., Шарыгин Д.Е. Исследование непрерывной технологии геля гидроксида, применяемого в фармацевтической промышленности // Сибирский медицинский журнал. – 2000. – Т. 16. – № 1. – С. 28–31.
7. Фармакопейная статья. Гель алюминия гидроксида. ФС 42-394 ВС-91 (от 17.10.91).
8. Дзисько В.А., Карнаухов А.П, Тарасова Д.В. Физико-химические основы синтеза окисных катализаторов. – Новосибирск: Наука, 1978. – 384 с.
9. Васильев Н.Н., Воробьев А.А Физико-химическая и электронно-микроскопическая характеристики гидрата окиси алюминия как депонирующего вещества, изготовленного различными методами // Журнал микробиологии, эпидемиологии и иммунологии. – 1962. – № 2. – С. 73–78.
10. Неймарк И.Е. Синтетические минеральные адсорбенты и носители катализаторов. – Киев: Наукова думка, 1982. – 216 с.